



## Perbandingan Detektor FID dan MS dalam Penentuan Sitronelal Minyak Atsiri Sereh Wangi

Yorfan Ruwindya\*

DIII Analisis Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Indonesia

\*corresponding author: [186102501@uui.ac.id](mailto:186102501@uui.ac.id)

DOI : [10.20885/ijca.vol5.iss2.art4](https://doi.org/10.20885/ijca.vol5.iss2.art4)

### ARTIKEL INFO

Diterima : 16 Juli 2022  
Direvisi : 12 Agustus 2022  
Diterbitkan: 23 September 2022  
Kata kunci : Minyak sereh wangi,  
Sitronelal, Perbandingan metode

### ABSTRAK

Perbandingan metode penentuan sitronelal dalam minyak atsiri sereh wangi ini dilakukan untuk mengetahui perbandingan metode kromatografi gas detektor FID dengan kromatografi gas detektor MS. Hal ini dilakukan untuk melihat apakah kedua detektor menghasilkan hasil yang sama atau berbeda. Kandungan sitronelal dalam sampel minyak sereh wangi yang diperoleh dengan detektor FID serta detektor MS masing-masing sebesar 49,34% dan 42,97%. Metode kromatografi gas detektor FID dan detektor MS memiliki nilai presisi yang baik dengan nilai %RSD kurang dari 2% yaitu sebesar 0,295% dan 1,114%. Hasil uji t diperoleh nilai t hitung > t tabel yang artinya  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima. Hasil uji t menunjukkan bahwa kedua metode memberikan hasil yang berbeda secara signifikan terhadap kandungan sitronelal dalam minyak sereh wangi tetapi masih dapat diterapkan pada laboratorium.

### ARTICLE INFO

Received : 16 July 2022  
Revised : 12 August 2022  
Published : 23 September 2022  
Keywords: Citronella Oil, Citronella,  
Methods comparison

### ABSTRACT

*The comparison of the method of determining citronellal in citronella essential oil was carried out to determine the comparison of the gas chromatography method of the FID detector and the gas chromatography of the MS detector. This is done to see if the two detectors produce the same or different results. The citronellal content in citronella oil samples obtained with the FID detector and MS detector was 49.34% and 42.97%, respectively. The gas chromatography method of the FID detector and MS detector has good precision values with %RSD values less than 2%, namely 0.295% and 1.114%, respectively. The results of the t-test are obtained by the value of t count > t table, which means  $H_0$  is rejected and  $H_1$  is accepted. The results of the t-test showed that the two methods gave significantly different results on the citronellal content in citronella oil but could still be applied in the laboratory.*



## 1. PENDAHULUAN

Minyak sereh wangi merupakan komoditas andalan minyak atsiri yang berasal dari Indonesia pada sektor agrobisnis yang dihasilkan dari pengolahan tanaman sereh wangi. Dua tipe tanaman penghasil minyak sereh yaitu tipe Ceylon dari tanaman *Cymbopogon nardus* (*Ceylon citronella*) dan tipe Jawa dari tanaman *Cymbopogon winteratus* (*Java citronella*). Minyak sereh wangi ini mempunyai nilai ekonomi yang tinggi yang dapat dilihat dari komponen yang terdapat di dalamnya, terutama komponen kimia.

Komponen kimia utama yang terdapat dalam minyak sereh wangi antara lain sitronelal, sitronelol, dan graniol. Senyawa-senyawa tersebut menyebabkan minyak sereh wangi mempunyai bau khas citrus. Golongan senyawa alkohol, ester, hidrokarbon, keton, aldehid, laktone, keton, dan terpen merupakan komponen lain yang terdapat dalam minyak sereh wangi [1]. Kandungan sitronelal dalam sebuah minyak atsiri sereh wangi harus memiliki kadar lebih dari 35% yang sudah menjadi syarat standar pasar internasional [2]. Indikator inilah yang membuat minyak atsiri sereh wangi mempunyai kualitas yang baik. Oleh karena itu, penentuan kandungan sitronelal dalam minyak sereh wangi menjadi penting untuk dilakukan.

Metode penentuan kandungan sitronelal dapat menggunakan metode kromatografi gas dengan detektor jenis *flame ionization detector* (FID) dan detektor jenis *mass spectrometer* (MS). Detektor FID adalah salah satu jenis detektor yang sering digunakan dalam kromatografi gas yang prinsip kerjanya didasarkan dengan cara komponen akan dideteksi setelah melewati proses ionisasi pembakaran. Detektor FID memiliki keunggulan antara lain sensitivitas tinggi, jangkauan respon yang besar, dan noise rendah. Detektor MS prinsip kerjanya didasarkan pada sampel akan diuapkan dalam keadaan vakum yang kemudian dialirkan ke ruang pengion lalu akan ditembak dengan arus partikel sehingga akan membentuk ion-ion yang bermuatan sehingga dapat dianalisa berdasarkan spektrum massanya. Keunggulan dari detektor jenis MS adalah efisien, resolusi tinggi, dan sensitivitas tinggi.

Penelitian sebelumnya yang telah dilakukan pada penentuan sitronelal dalam sampel minyak atsiri sereh wangi dengan menggunakan kromatografi gas detektor FID diperoleh kadar sebesar 60,64% [3]. Penelitian lain yang pernah dilakukan dalam penentuan sitronelal dalam minyak atsiri dengan menggunakan detektor MS dengan hasil kemurnian sitronelal yang diperoleh sebesar 81,30% [4]. Penggunaan detektor MS juga sudah pernah dilakukan dalam penelitian karakteristik kandungan dalam minyak atsiri tanaman sereh wangi [5]. Penelitian sebelumnya diketahui bahwa kedua jenis detektor tersebut dapat digunakan untuk analisis minyak atsiri sereh wangi, sehingga pada penelitian ini dilakukan perbandingan dengan membandingkan analisis sitronelal dalam minyak atsiri sereh wangi menggunakan dua jenis detektor tersebut. Hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah dua jenis detektor tersebut memberikan hasil yang sama atau berbeda. Perbandingan dari dua metode tersebut dilakukan dengan menggunakan uji t dan penjaminan mutu dari pengujian dilakukan dengan menghitung nilai presisi yang dihasilkan dari kedua jenis detektor. Hasil yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan persyaratan Standar Nasional Indonesia SNI 06-3953-1995 BSN tentang minyak sereh pada parameter kimia kadar sitronelal yaitu tidak boleh kurang dari 35% [6].

## 2. METODE

### 2.1. Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain Instrumen Kromatografi Gas Thermo Scientific Trace 1300, *Syringe*, GCMS Shimadzu QP 2010 SE, dan seperangkat alat gelas.

### 2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian antara lain sampel minyak atsiri sereh wangi yang diperoleh dari perkebunan yang ada di Yogyakarta, etanol khusus untuk kromatografi dengan kemurnian 99,9% (Merck), standar sitronelal dengan kemurnian  $\geq 95\%$  (Sigma Aldrich), dan kertas saring.

## 2.3. Prosedur Kerja

### 2.3.1 Kondisi Kromatografi Gas

Kromatografi gas di atur dengan pengaturan sistem injeksi yaitu suhu injektor 250°C, suhu detektor 250°C, suhu awal oven 80°C dan suhu akhir oven 120°C dengan kenaikan suhu sebesar 2°C/menit, gas helium sebagai gas pembawa dengan laju alir 1 mL/menit dengan split 159 mL/menit, dan kolom kapiler TG-5MS 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (Thermoscientific).

### 2.3.2 Persiapan Sampel

Sampel minyak atsiri serih wangi terlebih dahulu dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring untuk menghilangkan pengotor.

### 2.3.3 Pembuatan Deret Larutan Standar Sitronelal

Deret larutan standar sitronelal dibuat dengan konsentrasi 0; 10; 20; 30; 40; dan 50%. Pelarut yang digunakan adalah larutan etanol khusus kromatografi. Deret larutan standar sitronelal satu per satu kemudian diinjeksikan ke dalam sistem kromatografi gas dengan volume 1 µL.

### 2.3.4 Penentuan Konsentrasi Sitronelal

Sampel minyak atsiri serih wangi dipipet sebanyak 2 mL lalu ditempatkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambah larutan etanol khusus kromatografi sampai tanda batas. Sampel minyak atsiri serih wangi tersebut kemudian dilakukan injeksi ke dalam sistem kromatografi gas dengan volume 1 µL. Konsentrasi sitronelal dalam sampel dihitung dengan menggunakan luas area yang dihasilkan.

### 2.3.5 Penentuan Presisi

Sampel minyak atsiri serih wangi dipipet sebanyak 2 mL lalu ditempatkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambah larutan etanol khusus kromatografi sampai tanda batas. Sampel minyak atsiri serih wangi tersebut kemudian dilakukan injeksi ke dalam sistem kromatografi gas dengan volume 1 µL dan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Presisi ditentukan dengan menghitung nilai persentase relatif standar deviasi (%RSD) yang didapatkan dari menghitung nilai simpangan baku (SD) menggunakan Persamaan 1.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

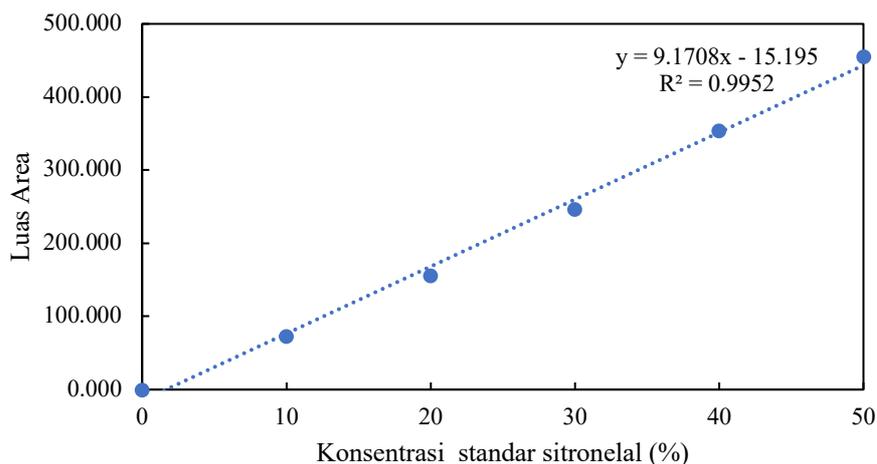
$$RSD (\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (1)$$

dimana SD = standar deviasi  
 RSD = simpangan baku relatif  
 Xi = nilai dari masing-masing pengukuran  
 $\bar{X}$  = nilai rata-rata pengukuran  
 N = jumlah pengukuran (pengulangan)

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

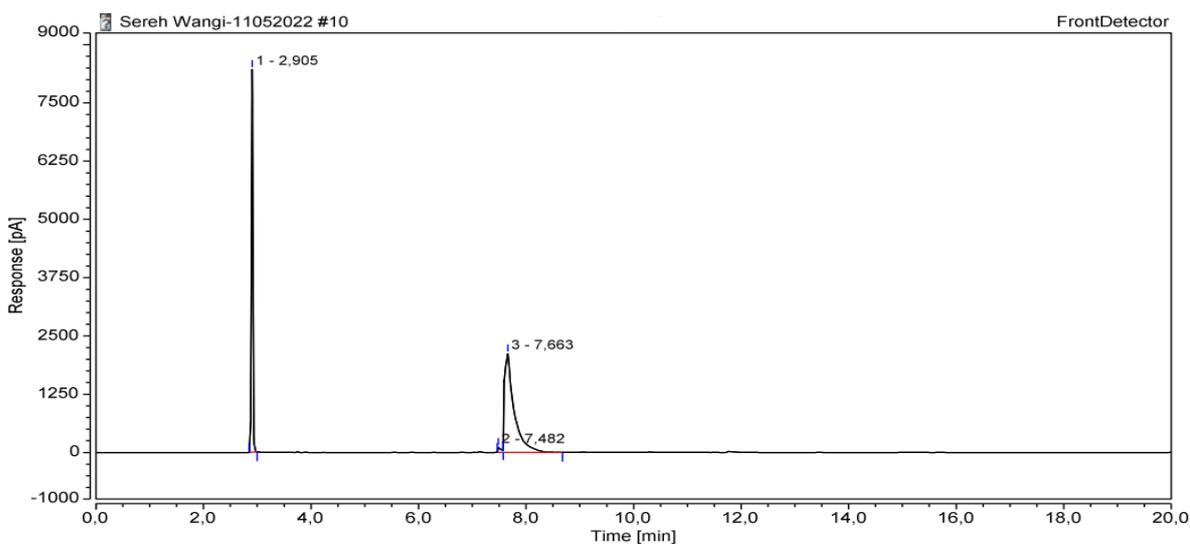
### 3.1 Kadar Sitronelal dengan Detektor FID

Kandungan sitronelal dalam sampel minyak atsiri serih wangi ditentukan menggunakan instrumen kromatografi gas dengan menggunakan detektor *flame ionization detector* (FID). Metode ini didasarkan pada metode kurva kalibrasi dalam menentukan kadar sampel dengan membandingkan antara larutan sampel yang sudah diketahui konsentrasinya dengan larutan sampel yang belum diketahui konsentrasinya. Larutan standar sitronelal yang digunakan pada metode ini yaitu 0%, 10%, 20%, 30%, 40%, dan 50%, yang kemudian dilakukan injeksi ke dalam sistem kromatografi gas. Data hasil berupa luas area dari deret larutan standar dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Linieritas larutan standar sitronelal

Kurva kalibrasi larutan deret standar sitronelal menunjukkan hubungan antara konsentrasi yang berbanding lurus dengan luas area. Hal ini ditandai dengan semakin tinggi konsentrasi larutan standar maka semakin tinggi nilai luas area. Persamaan regresi linear yang diperoleh yaitu,  $y = 9,1708x - 15,195$  dengan nilai koefisien determinasi  $R^2 = 0,995$ . Nilai determinasi yang diperoleh menandakan bahwa hasil tersebut sudah sesuai standar yang ditentukan [7]. Kadar sitronelal dalam sampel minyak atsiri sereh wangi ditentukan dengan cara sampel diinjeksikan ke dalam sistem kromatografi gas dan akan diperoleh luas area. Kromatogram sampel dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Kromatogram hasil pengukuran sitronelal 49.19% menggunakan iGC-FID

Luas area yang diperoleh kemudian digunakan untuk menghitung kadar sitronelal yang terdapat dalam sampel menggunakan detektor FID dapat dilihat pada Tabel 1.

TABEL I. Kadar sitronelal menggunakan detektor FID

Sampel	Luas Area	Konsentrasi (%)
1	435,958	49,19
2	438,379	49,46
3	438,029	49,42
	Rata-rata	49,29

Kadar senyawa sitronelal yang terdapat pada sampel minyak atsiri serih wangi sebesar 49,19% sampai 49,46% dengan rata-rata sebesar 49,29%. Nilai kadar sitronelal yang didapatkan menunjukkan bahwa sampel minyak atsiri serih wangi memiliki kandungan sitronelal yang sesuai dengan persyaratan Standar Nasional Indonesia SNI 06-3953-1995 BSN tentang minyak atsiri serih wangi yaitu sebesar 35% [6]. Data pada Tabel 1, kemudian ditentukan nilai presisinya. Hasil penentuan nilai presisi dari pengulangan pembacaan sampel minyak atsiri serih wangi dapat dilihat pada Tabel 2.

TABEL II. Hasil penentuan presisi dari pengukuran sitronelal menggunakan detektor FID

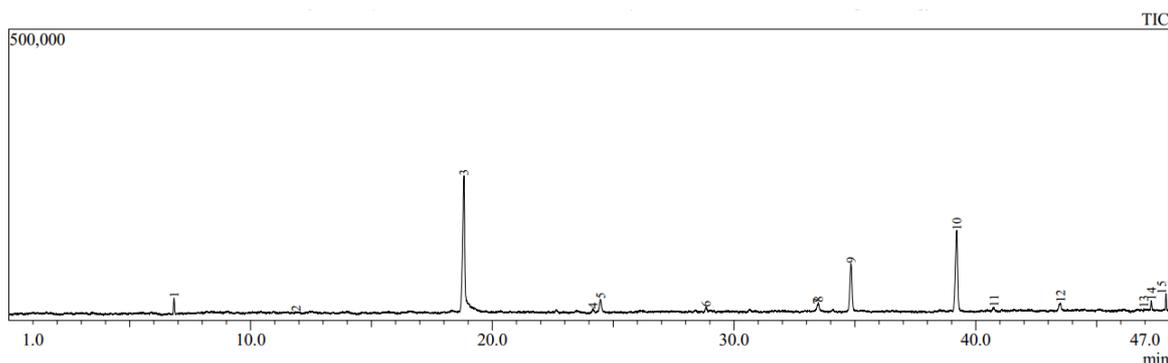
Sampel	Konsentrasi (%)
1	49,19
2	49,46
3	49,42
Rata-rata	49,29
SD	0,146
% RSD	0,295

Presisi ditentukan sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Hasil penentuan nilai %RSD diperoleh nilai sebesar 0,295% sehingga menunjukkan bahwa pengulangan pembacaan kadar sitronelal dalam sampel memiliki presisi yang baik dan sesuai dengan referensi nilai %RSD yang dipersyaratkan yaitu kurang dari 2% [8].

### 3.2 Kadar Sitronelal dengan Detektor MS

Penentuan kandungan sitronelal menggunakan metode kromatografi gas dengan memakai detektor MS didasarkan pada senyawa-senyawa yang sudah dipisahkan melalui kromatografi gas kemudian akan diubah ke dalam bentuk ion-ion baik senyawa organik maupun anorganik. Ion-ion tersebut kemudian akan dipisahkan berdasarkan *mass to charge ratio* ( $m/z$ ) [9]. Pemisahan tersebut juga digunakan untuk mendeteksi secara kualitatif dan kuantitatif dari masing-masing kelimpahan senyawanya [10]. Identifikasi puncak dari kromatogram yang dihasilkan tidak menggunakan kurva kalibrasi tetapi identifikasi dilakukan dengan mencocokkan spektrum MS setiap puncak dari kromatogram dengan *data base Wiley* untuk mengetahui jenis senyawanya [11]. Nilai kadar ditentukan menggunakan metode penormalan luas dengan cara menghitung luas puncak keseluruhan.

Sampel minyak serih wangi diinjeksikan ke dalam sistem kromatografi gas kemudian diubah menjadi fase gas dan dibawa oleh fase gerak melewati fase diam (kolom). Adanya perbedaan sifat kimia dan waktu yang spesifik untuk masing-masing senyawa membuat senyawa terpisah menjadi senyawa tunggal. Hasil kromatogram yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Kromatogram hasil pengukuran sitronelal 41,67% menggunakan GC-MS

Senyawa yang sudah terpisah kemudian akan ditembak dengan elektron dan menjadi molekul yang terionisasi sehingga terbentuk pola fragmentasi. Pola fragmentasi kemudian dibandingkan dengan pola fragmentasi standar pada database yang diindikasikan memakai persentase *similarity index* (SI) [5][12]. Hasil kandungan sitronelal yang terdapat dalam sampel menggunakan detektor MS dapat dilihat pada Tabel 3.

TABEL III. Kadar sitronelal menggunakan detektor MS

Sampel	Konsentrasi (%)
1	41,67
2	42,03
3	41,11
Rata-rata	41,60
SD	0,464
% RSD	1,114

Hasil %RSD yang diperoleh sebesar 1,114% menunjukkan bahwa presisi penentuan kandungan sitronelal menggunakan detektor MS memenuhi persyaratan yang sudah ditetapkan yaitu kurang dari 2% [8].

### 3.3 Perbandingan Metode

Perbandingan metode kromatografi gas dalam penentuan sitronelal dengan menggunakan detektor FID dan detektor MS dilakukan dengan perhitungan statistik yaitu uji t. Perhitungan uji t ini merupakan sebuah uji yang diterapkan kepada dua grup yang saling berpasangan untuk dibandingkan. Dua grup yang berpasangan tersebut diartikan mempunyai subjek serta sampel yang sama tetapi dengan perlakuan yang berbeda. Pada penelitian ini kadar sitronelal yang diperoleh dibandingkan dan dihitung menggunakan uji-t. Data hasil perhitungan uji t terhadap kadar sitronelal metode kromatografi gas detektor FID dan detektor MS dapat dilihat pada Tabel 4.

Hipotesis yang diambil pada uji t yaitu  $H_0$  tidak ada perbedaan yang signifikan artinya bahwa penentuan sitronelal dalam minyak atsiri sereh wangi dengan menggunakan detektor FID dan MS menghasilkan hasil yang sama sehingga  $H_0$  diterima. Sedangkan apabila  $H_1$  ada perbedaan yang signifikan maka penentuan sitronelal dalam sampel dengan menggunakan kedua detektor tersebut menghasilkan hasil yang berbeda sehingga  $H_1$  diterima. Data perhitungan statistik uji t yang ditampilkan pada Tabel V menunjukkan bahwa nilai t hitung > t tabel, maka  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima yang artinya bahwa pengujian kandungan sitronelal dalam sampel minyak sereh wangi menggunakan detektor FID dan detektor MS memberikan perbedaan yang signifikan.

Hasil yang berbeda ini disebabkan karena adanya beberapa masalah teknis antara lain perbedaan tingkat akuisi (MS hanya beberapa Hz sedangkan FID butuh 50 Hz), kurangnya algoritma yang tepat untuk mengolah fusi data, serta belum optimalnya memisahkan puncak yang tumpang tindih [13]. Namun, detektor jenis FID menjadi rekomendasi paling baik untuk menganalisis kandungan sitronelal dalam minyak atsiri sereh wangi, berdasarkan hasil penelitian yang menunjukkan bahwa nilai presisi FID lebih baik daripada MS. Penelitian lain juga menunjukkan

bahwa detektor FID memberikan representasi kuantitatif keseluruhan yang lebih baik dan juga nilai batas deteksi tertinggi FID lebih tinggi dibandingkan dengan MS sehingga ketika dalam sampel terdapat kadar yang tinggi FID dapat menganalisis tanpa menimbulkan bias ionisasi [13] [14].

Tabel IV. Hasil uji t perbandingan detektor FID dan MS

	FID	MS
Mean	49,1842587	41,60333
Variance	0,08625744	0,214933
Observations	3	3
Pooled Variance	0,15059539	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	4	
t Stat	23,9255548	
P(T<=t) one-tail	9,0497E-06	
t Critical one-tail	2,13184679	
P(T<=t) two-tail	1,8099E-05	
t Critical two-tail	2,77644511	

#### 4. KESIMPULAN

Hasil penentuan kandungan sitronelal dengan metode kromatografi gas menggunakan detektor FID adalah sebesar 49,29%, sedangkan menggunakan detektor MS sebesar 41,60%. Hasil kedua detektor tersebut sudah sesuai dengan standar sitronelal dalam minyak serih wangi yang mengacu pada Standar Nasional Indonesia SNI 06-3953-1995 BSN tentang minyak serih minimal 35%. Hasil dengan detektor FID diperoleh nilai koefisien determinasi 0,995 dan nilai %RSD 0,295%, sedangkan menggunakan detektor MS diperoleh %RSD 1,114%. Kedua metode memiliki nilai presisi yang baik. Perbandingan metode penentuan sitronelal menggunakan detektor FID maupun detektor MS menunjukkan nilai t hitung > t tabel artinya  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, sehingga perbandingan metode penentuan kandungan sitronelal dalam minyak serih wangi memberikan perbedaan yang signifikan antara metode kromatografi gas menggunakan detektor FID dengan menggunakan detektor MS.

#### Ucapan Terima Kasih

Terimakasih kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (DPPM) Universitas Islam Indonesia atas bantuan dana hibah pada penelitian ini melalui skema penelitian Laboran tahun 2022 dengan nomor kontrak 005/Dir/DPPM/70/Pen.Laboran/III/2022.

#### Daftar Pustaka

- [1] A. Sulaswatty, I.B. Adilina, "Quo Vadis Minyak Serai Wangi dan Produk Turunannya", Jakarta: LIPI Press, 2019.
- [2] H. Sastrohamidjojo, "Kimia Minyak Atsiri", Yogyakarta: FMIPA, Universitas Gadjah Mada, 2002.
- [3] Y. Ruwindya, "Validasi Metode Penentuan Sitronelal dalam Minyak Atsiri Sereh Wangi secara Kromatografi Gas", *Indonesian Journal of Chemical Analysis*, vol. 03, no. 02, pp. 50-55, 2020.
- [4] L.W. Wijayanti, "Isolasi Sitronellal dari Minyak Sereh Wangi (*Cymbopogon winterianus* Jowit) dengan Distilasi Fraksinasi Pengurangan Tekanan", *Jurnal Farmasi Sains dan Komunitas*, vol. 12, no. 1, pp. 22–29, 2015.
- [5] Murni, L. Rustin, "Karakteristik Kandungan Minyak Atsiri Tanaman Sereh Wangi (*Cymbopogon nardus* L.)", *Prosiding, Seminar Nasional Biologi di Era Pandemi COVID-19*, vol. 6, no. 1, 2020.

- [6] S.N. Indonesia, “Minyak Sereh, Mutu dan Cara Uji”, *SNI 06-3953-1995*, Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- [7] AOAC International, “Official Methods of Analysis of AOAC International”, *AOAC Official Methods of Analysis*, 1–17, 2016.
- [8] Riyanto, “Validasi & Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi”, Edisi 1, Yogyakarta: Deepublish, 2014.
- [9] K.A.G. Darmapatni, A. Basori, N.M. Suaniti, “Pengembangan Metode GC-MS untuk Penetapan Kadar *Acetaminophen* pada Spesimen Rambut Manusia”, *Jurnal Biosains Pascasarjana*, vol. 18, no. 3, 2016.
- [10] J.H. Gross, “Mass Spectrometry A Testbook”, *Third Edition*, Springer, New York, 2017.
- [11] E. Hotmian, E. Suoth, Fatimawali, T. Tallei, “Analisis GC-MS (*Gas Chromatography – Mass Spectrometry*) Ekstrak Metanol dari Umbi Rumput Teki (*Cyperus rotundus* L.)”, *Pharmacon*, vol. 10. no. 2, 2021.
- [12] R. Fitriani, K. Rosyidah, T. Rohman, “Uji Aktivitas Antioksidan dan Analisis *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) Fraksi Etil Asetat Daun Purun Tikus (*Eleocharis dulcis*)”, *Jurnal Chimica et Natura Acta*, vol. 8, no. 3, pp. 104–108, 2020.
- [13] T. Pacchiarotta, E. Nevedomskaya, A.C. Pancorbo, A.M. Deelder, O.A. Mayboroda, “Evaluation of GC-APCI/MS and GC-FID As a Complementary Platform”, *Journal of Biomolecular Techniques*, vol. 21, Issue 4, pp. 205–213, 2010.
- [14] Y. Sugiharto, E. Natania, S.A. Febriyanti, O. Krisbianto, “Comparasion of Gas Chromatography Detectors and Its Application in Food Analysis”, *Journal of Food and Agricultural Product*, vol. 2, no. 1, 2022.